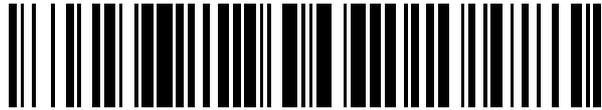


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 393 929**

51 Int. Cl.:

C05G 3/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07014155 .1**

96 Fecha de presentación: **19.07.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1884506**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **06.02.2008**

54 Título: **Procedimiento para la granulación de sulfato de amonio y fertilizantes minerales ricos en sulfato de amonio**

30 Prioridad:

27.07.2006 DE 102006034623

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:

02.01.2013

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:

02.01.2013

73 Titular/es:

**K+S AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)
POSTFACH 10 20 29
34111 KASSEL, DE**

72 Inventor/es:

**HOCHE, ANTJE;
NAUNDORF, WOLFGANG y
STAHL, I.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 393 929 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la granulación de sulfato de amonio y fertilizantes minerales ricos en sulfato de amonio

5 Por diversas razones, el sulfato de amonio en estado de grano fino tiene propiedades inadecuadas para su utilización como material fertilizante. Como resultado de su muy alto nivel de higroscopicidad, se vuelve húmedo en su superficie y parcialmente de libre fluidez en caso de un bajo nivel de absorción de agua, p.ej. del aire, lo que conduce a la rápida formación de una corteza durante el almacenamiento. Ese es el caso incluso, por lento que sea en relación al tiempo, si el sulfato de amonio fue granulado de antemano.

10 Además, una desventaja es que el sulfato de amonio tiende a conducir a deformación plástica bajo presión. Incluso con baja presión, se forman masas apelmazadas después de poco tiempo sobre un gran área superficial, que deben ser dispersadas con un alto nivel de gasto antes de esparcirlo en los campos.

15 Además, el sulfato de amonio tiene la negativa propiedad de que, durante la compactación con altas presiones, desarrolla densas masas, sin embargo, son relativamente blandas y tienden a conducir a deformación plástica. En el caso de compactación con altas presiones ≥ 100 MPa, que se producen durante los procedimientos de compactación/pulverización, las deformaciones plásticas por presión se producen intensamente durante la fase de compactación. El resultado de esto es que, con el prensado del sulfato de amonio con las prensas de doble rodillo, se forman costras con inferior calidad y grandes diferencias en la intensidad de compactación. Dado que las capas adicionalmente son relativamente blandas y también se vuelven localmente plásticas por presión durante la pulverización en el momento del efecto de impacto, durante los procedimientos de compactación/pulverización se producen principalmente granulados en pequeños rendimientos de masa y en calidad insatisfactoria. En la patente europea EP 0 621 800 B1, se propone por lo tanto mejorar las desfavorables propiedades de prensado con la adición de papel de borrador y/o cartulina finamente rallados. Sin embargo, el efecto positivo conseguido en este caso es a costa de perjudicar las propiedades de pulverización de las costras prensadas, que se rompen mal a causa de las fibras.

25 Además, el proceso de la aglomeración de estructuras mediante granulación por rodillo con placas granuladoras o tambores granuladores tampoco es adecuado para la granulación del sulfato de amonio, porque el sulfato de amonio, incluso en caso de contacto con pequeñas cantidades de líquido granulador, que debido al método debe ser rociado sobre el material que se granula, se vuelve húmedo y cenagoso en la superficie, con lo que surgen grandes terrones de fertilizante y causa que el sulfato de amonio se adhiera fuertemente a las paredes del equipo de granulación.

30 Una parte del fertilizante puede ser granulada por calentamiento en el tambor granulador. Esta variante del procedimiento tiene éxito si el material fertilizante o un componente mezclado del fertilizante se vuelve pegajoso y por tanto se une mediante calentamiento. Esta variante del procedimiento tampoco es aplicable en el caso del sulfato de amonio, porque tiene propiedades de unión inadecuadas y además se apelmaza rápidamente en grandes trozos. De todas formas, el procedimiento tampoco es adecuado para la granulación de sulfato de amonio porque, con el aumento de temperatura durante el calentamiento, la emisión de amoniaco aumenta fuertemente por desorción y descomposición.

40 Las desventajas designadas anteriormente también se producen en el caso de mezclas de diferentes fertilizantes minerales si el contenido del sulfato de amonio es tan alto que éste caracteriza de manera dominante la propiedad de la mezcla entera. Esto empieza en cada caso con contenidos de sulfato de amonio de más que 50% en masa. El contenido del sulfato de amonio se establece por lo tanto tan bajo, en el caso de muchos procedimientos de granulación, que las propiedades de granulación de la mezcla estén determinadas principalmente por los otros materiales fertilizantes, que sean apropiados para formar una aglomeración.

45 Además, hay propuestas de procedimientos (patente DD 251 970 A1) con los que se emplea el sulfato de amonio para la fabricación de material fertilizante para depósitos. Con esta variante de procedimiento, el sulfato de amonio es compactado en un compuesto de matriz sólida y densa que reduce la velocidad de disolución del fertilizante. Se requieren mayores contenidos de aditivos para esto, con favorables propiedades de briquetado, que determinan las propiedades de prensado de la mezcla debido a su alto contenido. Según la patente designada anteriormente, esto se consigue mediante la mezcla de sulfato de amonio con 10 a 50% en masa de lignito seco con propiedades materiales específicas. Para eso, se requiere lignito con un contenido en alquitrán de al menos 8% (deshidratado), un contenido de xilita menor que 5% (deshidratada) y un contenido de Na_2O menor que 0,2% (deshidratado), que consiste principalmente en los litotipos "carbón amarillo" y "carbón marrón", con un contenido total mayor que 70%, indicando un bajo contenido de humedad menor que 22% y un tamaño de grano menor que 0,4 mm. Una desventaja es el alto gasto para la implementación del procedimiento, porque el lignito seco, como confirma el conocido procedimiento de briquetado de lignito a briquetas, se vuelve sólido y duro sólo cuando es enlechado con altas presiones, preferiblemente mayores que 100 MPa. Una gran desventaja adicional del procedimiento consiste en el hecho de que, durante la pulverización de las costras prensadas a granulado, se produce un gran contenido de briquetas de grano fino sueltas con la sal fertilizante contenido en ellas, que no pueden ser enviadas al circuito para prensar de nuevo porque las briquetas sueltas, como es generalmente sabido, ya no tienen ninguna propiedad de briquetado. Las briquetas sueltas, fuertemente emisoras de polvo, del que resultan altos contenidos, son un

subproducto molesto e inferior, con un contenido aumentado de sal fertilizante.

El documento DE-A-41 26 802 se refiere a un procedimiento para la fabricación de sulfato de amonio granulado, donde se añade sílice altamente dispersiva o arcillas. La mezcla es compactada y granulada. Después, los granulados arcillíferos son post-procesados térmicamente a entre 100 y 200°C. También sin el post-procesamiento térmico, ya se observan aumentos del almidón del grano.

El documento DE-A-41 26 804 se refiere a un procedimiento para la fabricación de sulfato de amonio granulado, donde se añade almidón o derivados del almidón como material auxiliar. Las composiciones son endurecidas primero mediante humedad después de la compactación; véase la Tabla 4. También se puede llevar a cabo un post-procesamiento térmico a entre 110 y 175°C.

El documento DE-A-41 26 808 también se refiere a un procedimiento para la fabricación de sulfato de amonio granulado, donde se añaden como material auxiliar mezclas de arcilla azul, urea y almidón, o de urea, dimetilurea y arcilla azul o sílice altamente dispersiva o poli(alcohol vinílico). El granulado fabricado es post-procesado térmicamente después de la compactación a entre 140 y 200°C a fin de obtener valores de resistencia suficientes.

El propósito de la invención es el desarrollo de un procedimiento con el que el sulfato de amonio se puede aglomerar de una manera sencilla, con bajos costes, con alta estabilidad en el procedimiento operacional y sin la aparición de subproductos de proceso, hasta un granulado de alta calidad sin que se produzca ninguna deformación plástica mientras se compacta. Como resultado de la calidad uniforme, alta resistencia y dureza, el granulado indicaría una baja tendencia a la aglomeración durante el almacenamiento bajo condiciones protegidas, así como buenas características de esparcimiento, con tecnología de equipos a gran escala, y, mediante útiles propiedades de disolución en el suelo con larga duración y disponibilidad correctamente dosificada del fertilizante para las plantas y sin el peligro de introducir agua en el suelo y sobre la superficie con el fertilizante.

En relación con la invención, la tarea se soluciona mezclando el sulfato de amonio de grano fino con materiales auxiliares en una acción modificadora en la forma de materia sólida, que causan un cambio de propiedades en un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.

Los materiales auxiliares con acción modificadora tienen la tarea de modificar de manera permanente las propiedades negativas más importantes del sulfato de amonio, para que se haga posible la granulación y la buena calidad del granulado se mantenga también durante el almacenamiento. Los cambios más importantes se refieren a la evitación de la fluibilidad con baja humedad, el aumento de la dureza estructural después de la compactación, la evitación de la emisión de amoniaco con bajo calentamiento y una suficiente reducción de las propiedades higroscópicas.

Esto se consigue, con respecto a la invención, mediante la adición de materiales auxiliares que están habilitados para tener reacciones físicas y quimiosortivas suficientemente intensivas con el sulfato de amonio, y causar el necesario cambio de propiedades mediante eso. Además, es absolutamente necesario que haya materia sólida, porque el sulfato de amonio se volvería inmediatamente de libre fluidez con la adición de soluciones o dispersiones, y el cambio de propiedades necesario ya no sería posible. La materia sólida añadida debe volverse efectiva inmediatamente y unirse de manera firme al sulfato de amonio.

Muchos materiales inorgánicos y orgánicos o mezclas de materiales con altos contenidos de grupos hidroxilo y/o carboxilo, que son de grano fino y preferiblemente en polvo, y/o pueden ser transferidos en este estado, son adecuados para la invención para el cambio modificador del sulfato de amonio. Los grupos hidroxilo y/o carboxilo proporcionan a los materiales auxiliares la carga polar necesaria y/o la reactividad necesaria, para que las necesarias reacciones físicas y quimiosortivas entre ellos, así como los iones amonio y sulfato del sulfato de amonio, y en el caso de los grupos carboxilo también reacciones químicas en un cierto alcance, puedan ser causadas para la modificación y para la adhesión estable.

Además, se pensó que sólo son adecuados aquellos materiales que actúan no sólo de una manera modificadora, sino que además se hacen efectivos como lubricantes del granulado en la posterior formación por presión de la mezcla. Finalmente, por lo tanto, para que la compactación de la mezcla hasta un compuesto de materia sólida, casi no poroso, no sea obstaculizada por una resistencia friccional demasiado alta entre las partículas de sulfato de amonio revestidas unas con respecto a otras, y/o entre las partículas y la pared del molde del equipo de compactación.

Además, sólo son adecuados aquellos materiales que no sólo modifican al sulfato de amonio y actúan como lubricantes, sino que además se endurecen después de la formación por presión de la mezcla mediante la formación de cortezas y protegen al sulfato de amonio frente a la absorción demasiado rápida de humedad, para que el granulado, al menos en caso de almacenamiento protegido, no se separe y permanezca capaz de ser dosificado y esparcido sin aglomeración.

Además de las propiedades ya designadas, los materiales deben ser fuertemente higroscópicos en estado finamente granulado y en polvo. Eso no representa ninguna contradicción al requisito designado anteriormente sobre estos materiales de que deben proteger a los granulados acabados frente a una absorción de humedad demasiado rápida.

Los materiales auxiliares deben tener ambas propiedades, porque no pueden tener aún ningún efecto lubricante suficiente en el estado primario de polvo y no pueden llegar a formar corteza. Consiguen estas propiedades sólo cuando son convertidos en una masa ligeramente pastosa por humedecimiento parcial. Sin embargo, el agua no puede entrar en contacto con el sulfato de amonio porque el agua sería entonces absorbida inmediatamente por el fuertemente higroscópico sulfato de amonio. Esto debe ser evitado, porque de lo contrario el sulfato de amonio se transforma en una masa aglomerada.

El sulfato de amonio debe, por lo tanto, en una primera etapa, ser cubierto con los materiales auxiliares en polvo completamente y en una fina capa en estado seco. El polvo debe unirse inmediatamente al sulfato de amonio mediante las reacciones correspondientes y hacerse efectivo como modificador. Al alcanzarse la unión superficial estable entre el sulfato de amonio y el material auxiliar en polvo, se proporcionan los prerrequisitos de que, en una segunda etapa, estos materiales auxiliares, inicialmente en polvo, mediante un humedecimiento dosificado con agua o soluciones y/o dispersiones, obtienen su estructura parcialmente pastosa y se convierten en un lubricante mediante eso, así como les permite formar corteza después. Los materiales auxiliares en polvo deben ser por lo tanto tan higroscópicos en esta fase que sólo absorban el agua y protejan al sulfato de amonio frente a la admisión de agua por medio del revestimiento uniforme. El agua debe por lo tanto ser calculada en cantidad exacta para que, en caso de distribución uniforme, el material auxiliar respectivo se haga parcialmente pastoso y sólo absorba el agua. Las reacciones modificadoras son intensificadas de nuevo por el posterior humedecimiento del material auxiliar en las zonas limítrofes entre los materiales auxiliares y el sulfato de amonio. Además, los materiales auxiliares actúan inicialmente como lubricantes con la formación por presión de la mezcla. Después de eso, se endurecen por secado mediante la formación de corteza desde el estado pastoso. Como resultado de estos cambios de propiedades, solidifican el granulado y lo protegen frente a una absorción demasiado rápida de humedad, e impiden así la confluencia del fertilizante hacia una masa compacta.

Con respecto a la invención, las propiedades necesarias son bien cumplidas por arcillas capaces de formar uniones, harina de cereal, la fibra que se produce en los molinos de maíz, carbón marrón blando de grano fino terroso en la forma de carbón bruto no seco, hasta productos verdes en polvo, trozos ("cosettes") de remolacha azucarera acabados reducidos a polvo y/o plantas verdes secas, solas o como mezclas de materiales.

La cantidad de adición, con la adición de polvo de arcilla, es 4-10% de la masa y preferiblemente aproximadamente 6% de la masa, y con la adición de harina de cereal o fibra de cereal de 3 a 12% de la masa, y preferiblemente 5 a 8% de la masa, y con la adición de carbón ("nutty slack") bruto no seco 15 a 30% y preferiblemente 20 a 30%.

Una cobertura completa y uniforme de las partículas de sulfato de amonio con los relativamente pequeños contenidos del material auxiliar, y la formación de una conexión de unión estable entre las superficies del fertilizante y los aditivos son un prerrequisito importante adicional para el éxito del procedimiento de granulación. Para ello, es necesaria una tecnología de dosificación y mezcla adecuada. Para la mezcla se requieren mezcladores de turbulencia, en los que el sulfato de amonio de grano fino es removido con alta velocidad, así como con alta presión de contacto y alto movimiento relativo entre las partículas. Además, el sulfato de amonio debe ser mezclado primero con los materiales auxiliares de grano fino y preferiblemente en polvo. Los materiales auxiliares en polvo deben ser distribuidos durante un periodo más largo y dosificados en forma agitada en el mezclador. Esto permite que todas las partículas de sulfato de amonio sean provistas de la posibilidad de obtener una cobertura uniforme mediante los materiales auxiliares. Demasiado polvo añadido temporalmente es hecho uniforme posteriormente mediante el movimiento relativo y la presión erosiva entre las partículas. La conexión de unión es reforzada adicionalmente por la presión erosiva entre las partículas del fertilizante y el material auxiliar. Sólo después de eso es el humedecimiento con agua, soluciones y/o dispersiones, implementadas en una forma finamente rociada, también durante un periodo de tiempo más largo. El contenido de agua es dependiente del tipo de los aditivos y mezclas de aditivos, y debe ser mantenido de manera muy exacta, para que no esté disponible un sobrante de agua para el humedecimiento del sulfato de amonio. El requerimiento de agua es hasta 6% de la masa, con la adición de polvo de arcilla con un contenido de agua de $W = 4\%$, aproximadamente 0,8 a 1,0 por ciento de agua por arcilla y preferiblemente 0,9 por ciento de agua por arcilla, con la adición de harina de cereal y/o partes pulverizadas de cereal con un contenido de agua de $W = 10\%$, aproximadamente 0,3 a 1,0 por ciento de agua por harina o fibra y preferiblemente 0,5 por ciento de agua por harina o fibra, y con la adición de carbón "nutty slack" bruto con un contenido de agua de $W = 50$ a 55% de aproximadamente 0,03 a 0,1 por ciento de agua por carbón bruto, y preferiblemente 0,05 por ciento de agua por carbón bruto.

Los periodos de tiempo para la adición de los materiales auxiliares y el agua deben ser mayores que / iguales a 25% de la duración total de la mezcla de 2 a 5 minutos en cada caso. Para la implementación del procedimiento de mezcla, por ejemplo, el mezclador Eirich ha demostrado ser eficaz.

Un prerrequisito adicional para la fabricación de granulado de sulfato de amonio de alta calidad es la formación por presión de la mezcla. El formato de los granos del granulado requerido en cada caso es caracterizado por la formación por presión. Además, la compactación por prensado de las masas de grano fino hasta un cuerpo conformado tan no poroso como sea posible es muy importante para la calidad del granulado. La presión de compactación debe ser tan alta que el sulfato de amonio, en la fase del pico de presión actuante, llegue a ser un plástico de presión tan fuerte que las partículas se fusionen unas con otras lo mejor que sea posible, con unión a ellas de los materiales revestidores. Este proceso de combinación se hace posible mediante el efecto lubricante de

los materiales auxiliares húmedos, también con presiones relativamente bajas de ≤ 25 MPa actuando sobre la masa. Además, el agua promueve las reacciones con los materiales auxiliares mediante la disolución a pequeña escala del fertilizante. Los pequeños espacios huecos remanentes entre las partículas de sulfato de amonio son llenados con soluciones o dispersiones.

5 La formación por presión y compactación del sulfato de amonio preprocesado con materiales auxiliares se consigue de la mejor manera posible en relación con la invención por prensado con prensas granuladoras de matriz plana. La mezcla es conformada en trozos prensados de forma cilíndrica en este caso. El diámetro de los gránulos es ajustado según demanda mediante el empleo de matrices con los calibres necesarios en cada caso. El tipo del aditivo y la intensidad de su humedecimiento determinan la resistencia al desplazamiento del material compactado en el canal del molde, y con eso la presión de compactación. Además, se consigue una alta calidad de gránulo sólo si se emplean tales prensas de matriz plana, donde la presión de compactación puede ser ajustada mediante una presión previa ajustable fijada como objetivo sobre los rodillos de pulverización de la prensa de granulación.

10 La resistencia de los gránulos es aún baja después de la formación por presión con la prensa de granulación de matriz plana. La alta calidad que se lucha por lograr con respecto a la resistencia, dureza y propiedades de almacenamiento mejoradas se consigue con los gránulos sólo después de la vaporización de la mayor parte del agua previamente rociada. Con el secado, los gránulos sufren una considerable mejora en las características mediante reacciones entre los materiales auxiliares y el sulfato de amonio, y mediante los procedimientos, conduciendo a la formación de corteza de los materiales auxiliares pastosos, mediante la cristalización de sustancias disueltas, así como mediante el proceso de fragilización del sulfato de amonio mediante el efecto modificador de los materiales auxiliares y/o mediante la retirada de agua. Es ventajoso que las partículas de sulfato de amonio estuvieran ya unidas de manera especialmente firme hasta un grado considerable por procesos de fluidez plástica por presión durante la formación por presión.

15 La vaporización de la pequeña cantidad de agua de los gránulos se consigue mediante ventilación fría o preferiblemente por secado con aire caliente, del cual la temperatura no puede exceder de 75°C , para que no se emita amoniaco. El proceso de endurecimiento se completa cuando los gránulos tienen un contenido de agua residual de $W \leq 4\%$ y preferiblemente $W \leq 2,5\%$.

20 Después del proceso de endurecimiento, los gránulos son acortados hasta la longitud requerida mediante impactación suave y pulverización por rotura. Las partículas infradimensionadas y sobredimensionadas, que resultan de la siguiente clasificación, son enviadas por medio de una desviación de circuito adecuada hacia el proceso Pellier o el proceso de pulverización. Los gránulos son enfriados y, si se requiere, pueden ser acondicionados con materiales adecuados para una mejora adicional de las propiedades superficiales.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

35 Se mezcla sulfato de amonio de grano fino con una granulación de 0 a 1 mm y un contenido de agua de $W = 0,6\%$ en el mezclador Eirich, inicialmente con 6% en masa de polvo de arcilla con una granulación de 0 a 0,2 mm y un contenido de agua de $W = 4,1\%$. La arcilla se añade con adición medida en forma atomizada durante un periodo de tiempo de 90 s. Después de eso, se implementa ahora la adición de 5% en masa de agua para la conversión de la arcilla hasta un estado parcialmente pastoso con buen efecto lubricante. El agua se añade durante un periodo de tiempo de 60 s con una boquilla de ranura en forma finamente pulverizada. La mezcla consiste en total de 91% en masa de sulfato de amonio, 6% en masa de polvo de arcilla y 5% en masa de agua, donde el agua ha sido absorbida casi exclusivamente por la arcilla. La duración total de la mezcla es 180 s. La mezcla tiene un contenido de agua de $W = 5,4\%$. En caso de no llegar a este contenido de agua, resultan gránulos de inferior calidad con esta composición de mezcla de materiales, porque la arcilla está demasiado seca. Sin embargo, también resulta una calidad de gránulo inferior en caso de un ligero exceso de este contenido de agua en el material mezclado, porque es absorbida demasiada agua entonces por el sulfato de amonio.

40 La mezcla es compactada mediante formación por presión con una prensa granuladora de matriz plana hasta gránulos con un diámetro de 3 mm. Después del secado de los gránulos con aire caliente a 60°C hasta un contenido de agua residual de $W = 2,1\%$, se caracterizan por una alta resistencia a la rotura de $\text{St } 2 (300) = 98,0\%$. Es también sorprendente el bajo nivel de sensibilidad de los gránulos con respecto al aumento de humedad. Los gránulos, con un contenido de agua de $W = 2,1\%$ después de un almacenamiento de 24 horas de duración en la cámara de humedad a una temperatura del aire de 20°C y una humedad relativa de 80%, absorben sólo 0,07% del agua. Los gránulos no se unieron unos con otros en ninguna forma reconocible, también después de un almacenamiento de 5 días de duración en el equipo de ensayo climático, a pesar de la alta humedad. El finamente granulado sulfato de amonio estuvo fuertemente cubierto de corteza en la superficie bajo similares condiciones de almacenamiento.

Ejemplo 2

55 Se mezcla sulfato de amonio finamente granulado con una granulación de 0 a 1 mm y un contenido de agua de $W = 0,6\%$ en el mezclador Eirich, inicialmente con 5% en masa de harina de centeno integral con una granulación de 0 a 0,2 mm y un contenido de agua de $W = 12\%$. La harina se añade con adición medida en forma atomizada durante un

5 periodo de tiempo de 90 s. Inmediatamente después de eso, se implementa ahora la adición de 3% en masa de agua finamente pulverizada durante un periodo de 60 s. La mezcla consiste, en total, de 92% en masa de sulfato de amonio seco, 5% en masa de harina de centeno integral y 3% en masa de agua, donde el agua ha sido absorbida casi exclusivamente por la harina. La duración total de la mezcla es 180 s. La mezcla tiene un contenido de agua de $W = 3,6\%$.

La mezcla es compactada mediante formación por presión con una prensa granuladora de matriz plana hasta gránulos con un diámetro de 4 mm. Después del secado de los gránulos hasta un contenido de agua residual de $W = 0,9\%$, tienen una alta resistencia a la rotura de $St\ 2\ (300) = 99,4\%$. Después de un almacenamiento de 5 días de duración en una sala con muy alta humedad, no fue detectable ninguna unión de los gránulos unos con otros.

10 Se consiguieron resultados positivos análogos bajo condiciones de proceso por lo demás similares con la mezcla de sulfato de amonio p.ej. con 8% en masa de fibra de sémola de trigo o 6% en masa de harina de trigo integral o 6% en masa de harina de arroz integral o 8% en masa de fibra de trigo integral, si el agua añadida después de eso es 3% en masa en cada caso.

Ejemplo 3

15 Se mezcla inicialmente sulfato de amonio finamente granulado con una granulación de 0 a 1 mm y un contenido de agua de $W = 0,6\%$ con 25% de carbón "nutty slack" bruto con una granulación de 0 a 0,5 mm y un contenido de agua de $W = 54,0\%$ del distrito carbonífero de Niederlausitz. Esto corresponde a una cantidad de carbón seco de 11,5%. El carbón "nutty slack" bruto se añade durante un periodo de 100 s en forma atomizada. Después de eso, se implementa ahora la adición de 1,5% en masa de agua en el mismo mezclador Eirich en forma finamente pulverizada durante un periodo de 50 s. La duración total de la mezcla es 180 s. Después de eso, la mezcla es conformada en gránulos de 4 mm y compactada. Después del secado de los gránulos hasta un contenido de agua residual de $W = 3,1\%$, tienen una muy alta resistencia a la rotura de $St\ 2\ (300) = 97,8\%$. Con el almacenamiento en una sala con muy alta humedad, no fue detectable la formación de corteza después de 10 días.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la granulación de sulfato de amonio y fertilizantes minerales ricos en sulfato de amonio, **caracterizado porque**
- 5 a) el sulfato de amonio de grano fino, en una primera etapa, con la aplicación de mezcladores con alta turbulencia, se mezcla con materiales auxiliares inorgánicos y/o orgánicos de grano fino, que incluyen grupos hidroxilo o carboxilo y que son higroscópicos en el estado de grano fino primario, y que son eficaces como lubricantes después de un humedecimiento dosificado, donde, como materiales auxiliares inorgánicos y/o orgánicos de grano fino, se añaden arcilla capaz de formar uniones, harina de cereal, fibra, carbón marrón blando terroso de grano fino en la forma de carbón bruto no seco, trozos (“cosettes”) de remolacha azucarera y/o productos verdes secos reducidos a polvo, solos o como una mezcla de materiales en cada caso, donde el contenido de los materiales auxiliares en polvo, con la adición de polvo de arcilla es 4 a 10% en masa, con la adición de harina de cereal o fibra de cereal es 3 a 12% en masa, y con la adición de carbón (“nutty slack”) bruto no seco es 15 a 30% en masa,
- 10 b) el sulfato de amonio cubierto con los materiales auxiliares de grano fino, en una segunda etapa posterior, con la aplicación de mezcladores con alta turbulencia, es humedecido en agua finamente atomizada para que los materiales auxiliares sean transferidos a un estado parcialmente pastoso con propiedades lubricantes, donde el requerimiento de agua es hasta 6% en masa, con la adición de polvo de arcilla con un contenido de agua de $W = 4\%$ es aproximadamente 0,8 a 1,0 por ciento de agua por tanto por ciento de arcilla, con la adición de harina de cereal y/o fibra de cereal con un contenido de agua de $W = 10\%$ es aproximadamente 0,3 a 1,0 por ciento de agua por tanto por ciento de harina o fibra, y con la adición de carbón “nutty slack” bruto con un contenido de agua de $W = 50$ a 55% es aproximadamente 0,03 a 0,1 por ciento de agua por tanto por ciento de carbón bruto,
- 15 c) el sulfato de amonio, preprocesado según a) y b), se somete a una formación por presión y compresión por prensado con una prensa granuladora de matriz plana, y surgen secciones de gránulos con una superficie cilíndrica sellada, lisa,
- 20 d) los gránulos generados en la etapa c) se secan y endurecen mediante una ventilación fría o con temperaturas de secado $\leq 75^{\circ}\text{C}$ y se forma un compuesto granulado sólido,
- 25 e) las secciones de gránulos con forma de cilindro endurecidos se llevan a la longitud de granulado requerida mediante rotura.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el contenido de los materiales auxiliares con la adición de polvo de arcilla de 6% en masa, con la adición de harina de cereal o fibra de cereal de 5 a 8% en masa, y con la adición de carbón “nutty slack” en bruto no seco, es 20 a 30%.
- 30 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque**, para la distribución uniforme del material auxiliar de grano fino añadido inicialmente y el agua añadida después a la mezcla, se usan tales mezcladores de turbulencia, en los que la mezcla es removida continuamente con alta velocidad, con alta presión de contacto entre las partículas, así como con fuerte movimiento relativo entre las partículas.
- 35 4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado porque** se emplea con preferencia un mezclador Eirich.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** los materiales auxiliares en forma de polvo, y después de eso el agua en forma finamente atomizada o mediante condensación de vapor, se añaden primero al mezclador durante un periodo más largo en cada caso, y la duración de dosificación en ambos casos es al menos 25% de la duración total de la mezcla de aproximadamente 2 a 5 minutos.
- 40 6. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el diámetro de los gránulos se ajusta según demanda mediante el cambio del diámetro de orificio de los canales del molde en las matrices planas y la longitud de los granulados, preferiblemente mediante impacto suave y tensión de rotura de los gránulos secos.
7. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque**, para el secado de los gránulos, son adecuadas todas las secadoras de contacto y/o convección que tengan un nivel de tensión mecánica suave de los productos secos y un régimen de calentamiento cuidadoso.
- 45 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 7, **caracterizado porque** el secado es implementado hasta un contenido de agua residual $\leq 4\%$, preferiblemente $\leq 2,5\%$.
9. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 6, 7 y 8, **caracterizado porque** los gránulos endurecidos, rotos, son sometidos a un proceso de clasificación, a fin de separar los granos sobredimensionados e infradimensionados.